Conntinuing and constant value for GC/C/IJCC/S

LNDD	ENREGIST	REMENT	Code : Version :	E-RECAP-01
		Date: 00		
	FICHE RECAPITULAT		PRESENTEES	
N° de laboratoire	the state with the second state of the second secon	CIRLANSHHIIBILLOINI		
,	218701	-	chantillon:	B995474
Produit(s) confirmé(,	opique 13C/12C	·.	
pH mesuré en conf	5.2	Densité a	affichée en conf :	1.025
			éfractomètre n° :	2
			Densité corrigée :	とつかく
Francisco Company of the Company of	(CIONTERIORI	KALUONI QULANLINIANTIN	YELLO	No. 1 (1)
Essai n°:	_	EC 31		
Mode opératoire de pré		M-EX- 24	Version :	C
Mode opératoire d'anal		M-AN- 52141	Version :	A/B
CG/SM (SCAN)	CG/SM (SIM)	CG/SM2	CG/SM3	
CL/SM	CL/SM2	CL/SM3	CL/UV [
IMM	EPO	CG/C/IRMS 2	Cytométrie	
	TODAMIRINATIK	NA REMATHORNAMENTA	MINTE CALLS	
Essai n°:	1 1 1 1 1	EC		
Mode opératoire de pré	paration :	M-EX-	Version :	
Mode opératoire d'analy	/se :	M-AN-	Version :	
	CG/SM (SIM)	CC	G/SM (SCAN)	
CL/SM (SIM) [CL/SM2	CL/SM3	CL/UV [
Concentration estimée	e:	· .		
* Concentration corrigée	e :			
	CONTINENTAL	TO A THE PARTY OF THE PARTY	WIE	
Essai n°:			and the second section in the probability of the	
Mode opératoire de prép	paration :		Version :	
Mode opératoire d'analy		M-AN-	Version :	
CG/TSD [CG/SM (SIM)		G/SM (SCAN)	IMM
Concentration mesurée			5/5W (SCAIV)	
* Seuil corrigé :	·			
	ARINO E	STEACHE IRAPPUDAE		
ES02 -BBS (CG-SM)	The state of the s	B-HES (CG/SM)		ES06 - IMM
ES02C -EPH (CG/SM)				
·		ES08B -PS		ES07 -EPO
ES03 -CD (CL/SM)		CH (CL/SM/SM)		ESS01 - HBOCs
ES04 -H (CG/SM)	ES05 -M	S2 (CG/SM/SM)		ESS02 - TS
ES03C -LCH (CL/SM)				
Code opérateur de l'analy		Code opérateur du resp	onsable : ų q	
Date et paraphe:0908	106	Date et paraphe : osl	M. 20180	
	G		- diagram	†
Hors portée d'accréditatio				. •
	de la déclaration en hors penregistrement est à arch			
* à remnlir nar le response		iver dans le dossier de	•	DA 0204 65

* à remplir par le responsable

USADA 0294

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C

Date :17/01/2006

1/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	APPLICABLE le
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	1 9 JAN. 2006
Transvaser le surnageant dans tube prélablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	ASSURANCE QUALITÉ L N D D
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte goutte	β-glucuronidase Chambre froide à +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymarck Vortex	
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

2/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon : Mettre de côté un tube sec	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec	Vortex	
The second secon		
Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile	Pipettman de 1 ml Pipette pasteur	Acétonitrile
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 50 μl de pyridine Ajouter 50 μl d'anhydride acétique	Pipettman de 50 μl - Cônes Greiner Vortex	Pyridine désséchée Anhydride acétique > 99%
Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale	Vortex	
Agiter 5 secondes et boucher		
Dériver le tube bien fermé 1h00 à 60°Cou laisser une nuit à température ambiante	Bain à sec à 60°C ou Portoir à tubes sous hotte	SPECIMEN
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Ajouter 1 ml d'acétonitrile Agiter 10 secondes Ajouter 1 ml d'eau ultrapure Agiter 10 secondes	Pipette Biohit 1-5 ml Cônes Biohit Vortex	Acétonitrile Eau ultrapure
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08	Cartouches Baker C18 500 mg Tubes kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec des fractions F1 (environ 2h00) F2 (environ 1h30) F3 (environ 45min)	Bain à sec à 80°C	Azote

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version: C

Date :17/01/2006

3/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Traitement des fractions F1, F2 et F3

Sertir et Agiter 10 secondes

<u>pérations</u>	<u>Matériel</u>	Réactifs et produits
Ajouter le SI selon I-VOL-01	Seringue Hamilton de 50 μl ou de 100 μl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 200 ng/µ
Ajouter 200 μl d'acétonitrile	Pipettman réglable de 200 μl Cônes Greiner	Acétonitrile
Reprendre par rotation légère du ube en position quasi horizontale		
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	SPECIMEN
Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C	Vials en verre avec insert 300 μl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume	01 20
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01	Pipettman réglable de 200 μl ou 1ml	Hexane
Sertir et Agiter 10 secondes	Capsules à sertir - Vortex	
rès analyse GC/MS :		
Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01) Agiter 10 secondes	Seringue Hamilton de 50 μl ou de 100 μl selon le volume ajouté	Androstanol acétate H67 0.2mg/m
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)	Pipettman réglable de 200 μl ou 1ml	Hexane

Capsules à sertir - Vortex

MODE OPÉRATOIRE

Codification: M-EX -24

Version : C Date :17/01/2006

4/4

METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	Pagage
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	Byson
vérifié par	Aurélie LAURENT	17/01/2006	ATTITUTE S
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	n) early

EVOLUTIONS

No Version	Motif	Data
1	Création du document.	Date
2		03/06/2002
	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
В	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
С	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un meme échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

SPECIMEN

-	-	-		_
1	•	П	``	г
	. 17	, ,	,	

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

1/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Mode	opératoire	d'extraction:
------	------------	---------------

M-EX-24

Ech antillon:

TASICH B 995 474

Sexe:

M X F

Miseà l'ambiant de l'échantillon:

Date : 031087 06

9412 Heure:

Prise d'essai:

Volume:

30 mL

Heure:

J11403

Paraphe:

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	० श्च ०८	pHmet n°: 🏅	21,8	5,18	126
Densité	<i>०</i> आळ।०€	Refract n°: 2		1.025	ned-

Blanc urinaire:

Pool 4

Densité:

1.023

Prise d'essai : KmL

Paraphe:

Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première	0810810C	11426		Rapid Trace: RTORD	28 C
extraction	<u>એ।%।%</u>		J34∞		Ter
Stockage à		Commenced and the control of the con		Lieu: CH-FR.1	
4°C			and the second second second		
Evaporation	D18018C	13403	18448	Bain à sec (BSE) : 521	28ef
Stockage à				Lieu : CH-FR.1	
4°C					,
Hydrolyse	08108106	734.22		Code du tampon : MGTTRAS.	20°C
	ত্রম ৩৪।৩६		しし HST	Code du tampon : pt65 TRAA. S DLU* de la βGlu : A. S. S6 Etuve n° : 5	7
Deuxième	20180120	صرابحار		Rapid Trace: QTOQT	260 F
extraction	On08106		16452		
Stockage à		and the second s		Lieu: CH-FR 1	
4°C			the section of the se		

^{*}DLU: date limite d'utilisation

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G Date: 17/01/2006

2/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Par
Evaporation	0310810€	J6#55	18400	Bain à sec (BSE) : S21	Parapho
Stockage à 4°C				Lieu: CH-FR.1	- et
A - 5 1 11					
Acétylation	୍ୟାଚ୍ଞାଚ୍ଚ	78402		DLU* Anhydride acétique 🔜 👢 😪	18cf
	व्याळाळ		9+14	Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	e410810	9414	9420	Bain à sec (BSE): 52	Ref
Tro isième extraction	24108100	9423		Rapid Trace: 27012	Decf
	<u>क्ताब्धाक</u>		20#49		Dec+
Stockage à 4°C		and the state of t		Lieu: CH-FR .1	
4.0				Dica , Cherry ,	
Evaporation	न्माञ्चाक	10452	12 ¹¹ 50	Pain to many and	6
tockage à			2230		Ref
4°C				Lieu: CH-FR .1	
jout SI,	क्राळा ट	124ST		0.1.1.0	
lise en vial	20180110		20181	Code du SI (0,2mg/mL): H67-	35°t
vaporation	<u>क्राव्हाव्ह</u>	13409			<i>(</i>
	04108106			Bain à sec (BSE): SU	sect.
ockage à	14.		Smgr.	Time GYV TO	
°C			and the second s	Lieu: CH-FR_1	5

Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (μl)	3	w	3
Volume hexane (µl)	صد	400	100

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006 3/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	आव्याक	م ۱۳/۱۲۵			Bet
Injection	क्ता ळी द	13422		MSD 22	22
CG/MS	खपा <i>०</i> श्चर		سهس		-
Ajout du SI si nécessaire	04108/01	16445		Code du SI (200ng/μL) : H67-	Sec.
Evaporation	०५(०८)५८	JB455	28455	Bain à sec (BSE) : S2	28.F
Stockage des				Lieu: CH-FR.1	
vials à 4°C					

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
	;				
	. · ·		*		

Analyse par GC/C/IRMS

		Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (µl)	13	82	7
Volume final hexane (µl)	250	870	45

ENREGISTREMENT

Codification: E-TE-03C

Version: G

Date: 17/01/2006

4/4

FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	<u> ज्या</u>	76H28			But
Injection GC/C/IRMS	व्य १०८१ ०६	משיידו		ISOPRIME 1	Bot

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
ė.					
			1. T.		

Ecarts nº:

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon

TOPLEVEL PARAMETERS

```
Method Information For: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
  Method Sections To Run:
    ( ) Save Copy of Method With Data
    ( ) MSTOP
                          Pre-Run Cmd/Macro =
    ( ) Instrument Control Pre-Run Cmd/Macro = ( ) Data Analysis Pre-Run Cmd/Macro =
    ( ) Data Analysis
    (X) Data Acquisition
   (X) Data Analysis
    ( ) MSTOP
                          Post-Run Cmd/Macro =
 ( ) Instrument Control Post-Run Cmd/Macro =
    ( ) Data Analysis Post-Run Cmd/Macro =
 Method Comments:
    This is the default method
                               END OF TOPLEVEL PARAMETERS
                               INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
      6890 GC METHOD
      OVEN
   Initial temp: 70 'C (On)
Initial time: 1.00 min
                                           Maximum temp: 325 'C
                                           Equilibration time: 0.50 min
    Ramps:
      # Rate Final temp Final time
1 30.00 270 12.00
2 10.00 300 3.00
      3 0.0(Off)
   Post temp: 70 'C
Post time: 0.00 min
   Run time: 25.67 min
FRONT INLET (SPLIT/SPLITLESS)
                                       BACK INLET (UNKNOWN)
   Mode: Splitless
   Initial temp: 280 'C (On)
   Pressure: 145.0 kPa (On)
   Purge flow: 20.0 mL/min
Purge time: 2.00 min
   Total flow: 25.4 mL/min
   Gas saver: Off
Gas type: Helium
DLUMN 1
                                        COLUMN 2
   Capillary Column
                                           (not installed)
   Model Number: Agilent 19091s-433
   Max temperature: 325 'C
   Nominal length: 30.0 m
   Nominal diameter: 250.00 um
   Nominal film thickness: 0.25 um
   Mode: constant pressure
   Pressure: 145.0 kPa
  Nominal initial flow:
                         2.3 mL/min
   Average velocity: 56 cm/sec
   Inlet: Front Inlet
Outlet: MSD
   Outlet pressure: vacuum
ethod: MAN_52.M
                           Fri Aug 04 10:24:41 2006
                                                                 Page: 1
```

```
FRONT DETECTOR ()
                                          BACK DETECTOR ()
 SIGNAL 1
                                          SIGNAL 2
Data rate: 20 Hz
Type: test plot
                                             Data rate: 20 Hz
                                             Type: test plot
   Save Data: Off
                                             Save Data: Off
    Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
                                             Zero: 0.0 (Off)
Range: 0
   Fast Peaks: Off
                                             Fast Peaks: Off
   Attenuation: 0
                                             Attenuation: 0
 _COLUMN COMP 1
                                          COLUMN COMP 2
   (No Detectors Installed)
                                             (No Detectors Installed)
 THERMAL AUX 2
    Use: MSD Transfer Line Heater
    Description:
   Initial temp: 300 'C (On)
Initial time: 0.00 min
       # Rate Final temp Final time
       1
         0.0(Off)
                                          POST RUN
                                             Post Time: 0.00 min
  IME TABLE
    Time
               Specifier
                                              Parameter & Setpoint
                               7673 Injector
      Front Injector:
        Sample Washes
         Sample Pumps
        Injection Volume
                                     1.0 microliters
        Syringe Size
                                   10.0 microliters
        PostInj Solvent A Washes
PostInj Solvent B Washes
                                       3
        Viscosity Delay
                                       3 seconds
        Plunger Speed
                                   Fast
        PreInjection Dwell
                                  0.00 minutes
        PostInjection Dwell
                                  0.00 minutes
     Back Injector:
o parameters specified
 Column 1 Inventory Number : ?
Column 2 Inventory Number:
                                 MS ACQUISITION PARAMETERS
eneral Information
rune File
                         : atune.u
cquistion Mode
MS Information
| -----
Solvent Delay
                        : 9.00 min
M Absolute
                         : False
 M Offset
Resulting EM Voltage
                        : 1905.9
Scan Parameters]
Low Mass
                        : 50.0
sthod: MAN_52.M
                       Fri Aug 04 10:24:41 2006
                                                                    Page: 2
```

```
ligh Mass
                           : 550.0
 fhreshold
                          : 150
: 2
 Sample #
                                     A/D Samples
 lot 2 low mass
lot 2 high mass
                          : 50.0
                          : 550.0
  [MSZones]
 1S Quad
                           : 150 C maximum 200 C
 1S Source
                           : 230 C
                                    maximum 250 C
                               END OF MS ACQUISITION PARAMETERS
                            END OF INSTRUMENT CONTROL PARAMETERS
                            DATA ANALYSIS PARAMETERS
Method Name: C:\MSDCHEM\1\METHODS\MAN_52.M
 Percent Report Settings
Sort By: Signal
utput Destination
    Screen: No
Printer: Yes
    File:
             No
 ntegration Events: AutoIntegrate
Generate Report During Run Method: No
 ignal Correlation Window: 0.020
ualitative Report Settings
reak Location of Unknown: Apex
Library to Search
                      Minimum Quality
C:\temp\IRMS.L
ntegration Events: AutoIntegrate
Report Type: Summary
utput Destination
  Screen: No
    Printer: Yes
  File:
            No
enerate Report During Run Method: No
uantitative Report Settings
ethod: MAN_52.M
                       Fri Aug 04 10:24:41 2006
                                                                   Page: 3
```

Report Type: Summary

)utput Destination Screen: Yes Printer: No

File:

Generate Report During Run Method: No

Calibration Last Updated:

Reference Window: 10.00 Percent Non-Reference Window: 5.00 Percent Correlation Window: 0.02 minutes

Default Multiplier: 1.00

efault Sample Concentration: 0.00

Compound Information

*** Empty Quantitation Database ***

END OF DATA ANALYSIS PARAMETERS

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Method: MAN 52.M

Fri Aug 04 10:24:41 2006

Page: 4

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2006\Aout06\0408.S Operator: 26 Data Path: D:\MSD22\AOUT06\0408\ Pre-Seq Cmd: Instrument Control Pre-Seq Cmd: Data Analysis Pre-Seq Cmd: Post-Seq Cmd: Instrument Control Post-Seq Cmd: Data Analysis Post-Seq Cmd: Method Sections To Run
(X) Full Method

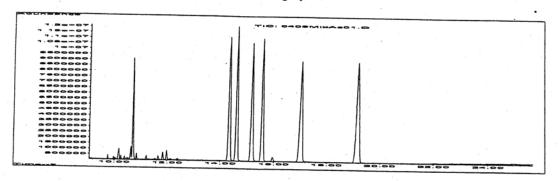
On A Barcode Mismatch
(X) Inject Anyway (X) Inject Anyway
() Don't Inject () Reprocessing Only Line

1) Calibration 1
Datafile 0408MixAc01
MAN 52
MAN 52 Sample Name/Misc Info Blank 2 blu1f3 MAN_52 Blu 1 F3 Sample 3 Datafile 17807474f3 Method MAN 52 4) Blank 4 blulf1 5 MAN_52 Blu 1 F1 5) Sample Datafile 17807474f1 Method MAN 52 Blank 6 blulf2 MAN_52 Blu 1 F2 7) Sample Datafile 17807474f2 Method MAN_52 Séquence vérifiée par : 26 Remarques:

 $\frac{1}{1}$

D:\Msd22\Aout06\0408\0408MixAc01.D

Data File Name 0408MixAc01.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 9:43
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Mix Ac 50
Vial Number 1
Misc Info Mix Acétate 001 50 ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.70		258	14,559,348
Etiocholanolone AC	14.37	1.343	272	27,927,453
Androsterone AC	14.63	1.368	272	46,140,764
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.420	256	27,022,036
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.58	1.457	316	37,046,436
11 KetoEtiocholanolone AC	17.09	1.597	271	36,707,461
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.21	1.796	284	45,892,036

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	15,126,010	103.9
Etiocholanolone AC	257	17,606,728	63.0
Androsterone AC	257	19,683,079	42.7
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	24,536,719	90.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	21,410,205	57.8
11 KetoEtiocholanolone AC	191	30,056,893	81.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	25,822,025	56.3

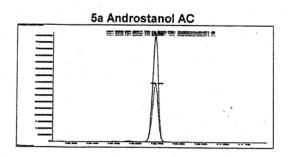
M3 signal

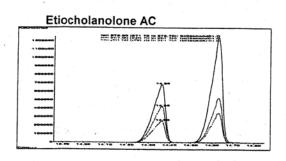
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,054,385	55.3
Etiocholanolone AC	201	10,598,971	38.0
Androsterone AC	218	13,895,009	30.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	20,649,090	76.4
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	18,348,951	49.5
11 KetoEtiocholanolone AC	286	22,112,785	60.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,834,532	28.0

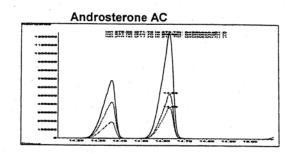
Page 1 of 2

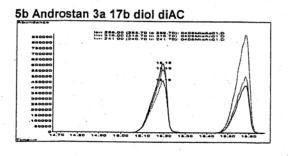
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

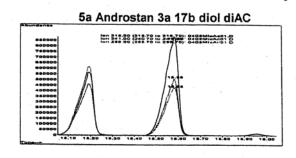
8/4/2006 10:14 AM

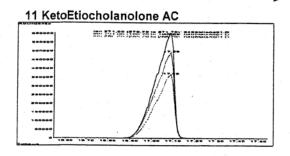


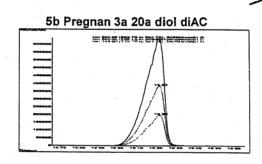












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 10:14 AM

D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f1.D

Data File Name blu1f1.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26

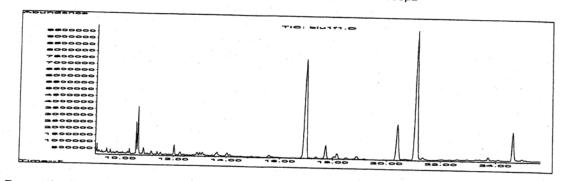
Date Acquired 8/4/2006 14:26

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name Blu 1 F1

Vial Number 4

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Det Time	5.15.15		
	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67	,	258	5,520,561
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0,020,001
Androsterone AC	0.00	0.000		U
5b Androstan 3a 17b diol diAC			272	0
		0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	. 0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.01	1.594	271	37 8EE 670
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,		27,855,670
	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,774,860	104.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	22,757,434	81.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

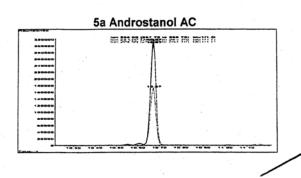
M3 signal

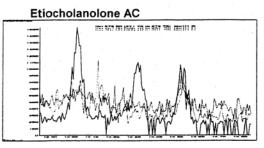
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,105,342	56.3
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	16,920,850	60.7
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

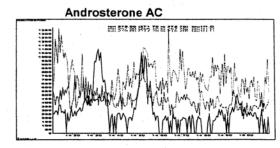
Page 1 of 2

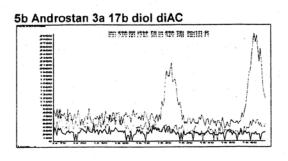
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

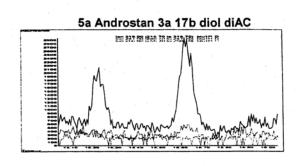
8/4/2006 2:54 PM

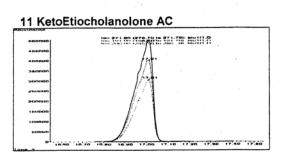


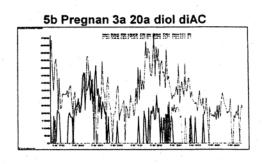












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 2:54 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f1.D

Data File Name 17807474f1.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26

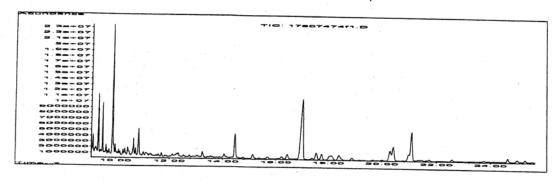
Date Acquired 8/4/2006 14:59

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 B995474 F1

Vial Number 5

Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68		258	5,012,619
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	Õ
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	17.05	1.596	271	46,222,964
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,291,627	105.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	36,126,360	78.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

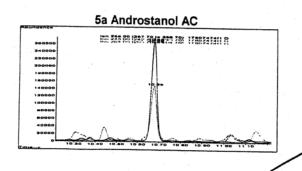
M3 signal

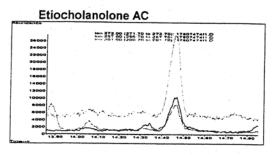
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,048,558	60.8
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256°	. 0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	28,286,843	61.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

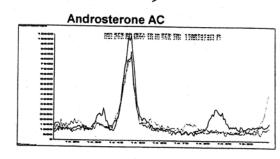
Page 1 of 2

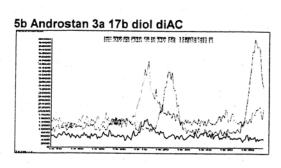
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

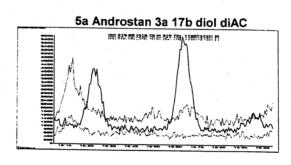
8/4/2006 3:27 PM

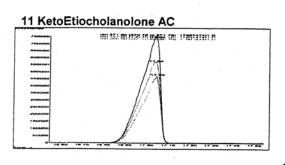


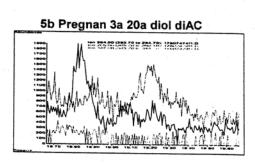












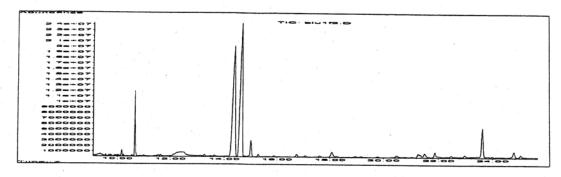
Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 3:27 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f2.D

Data File Name blu1f2.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 15:31
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F2
Vial Number 6
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.68	* *	258	20,287,078
Etiocholanolone AC	14.40	1.348	272	77,262,593
Androsterone AC	14.68	1.375	272	150,213,193
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0 '
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	20,899,494	103.0
Etiocholanolone AC	257	47,707,175	61.7
Androsterone AC	257	63,281,939	42.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	. 0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

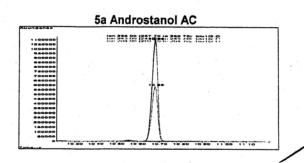
M3 signal

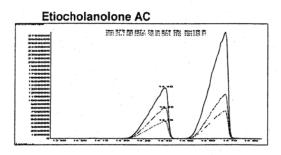
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	11,082,620	54.6
Etiocholanolone AC	201	27,413,943	35.5
Androsterone AC	218	42,679,798	28.4
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

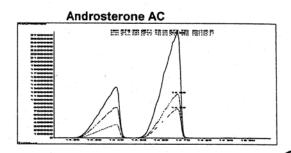
Page 1 of 2

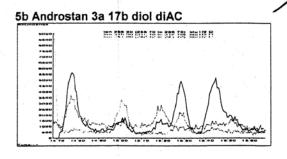
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

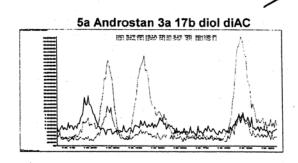
8/4/2006 3:58 PM

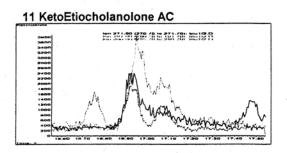


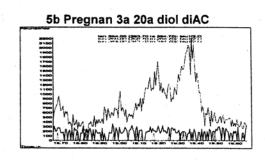








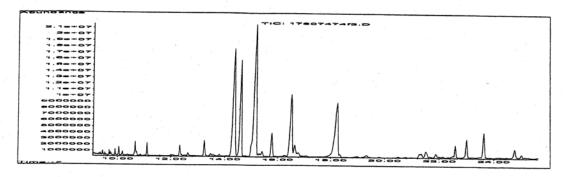




Page 2 of 2

D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f2.D

Data File Name 17807474f2.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 16:03
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name 178/07 B995474 F2
Vial Number 7
Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 2 dans 400µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	3,447,735
Etiocholanolone AC	14.37	1.346	272	56,129,234
Androsterone AC	14.63	1.371	272	66,514,969
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	3,645,387	105.7
Etiocholanolone AC	257	34,755,167	61.9
Androsterone AC	257	28,337,297	42.6
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

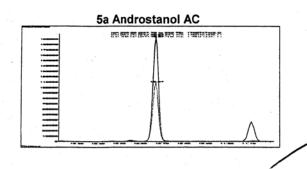
M3 signal

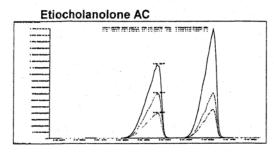
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,986,261	57.6
Etiocholanolone AC	201	20,012,288	35.7
Androsterone AC	218	19,275,305	29.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

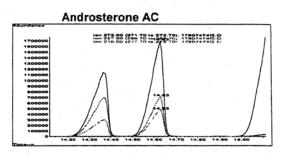
Page 1 of 2

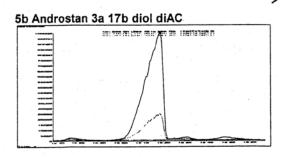
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

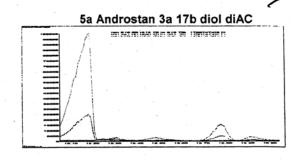
8/4/2006 4:31 PM

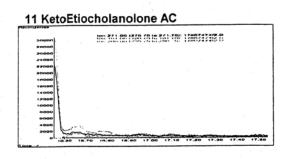


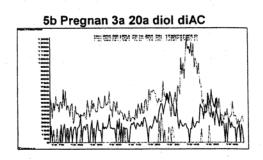












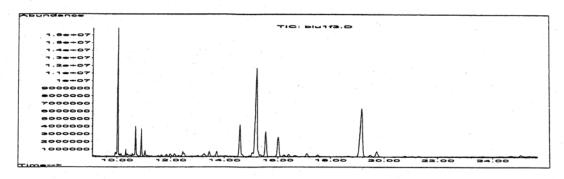
Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 4:31 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\blu1f3.D

Data File Name blu1f3.D
Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26
Date Acquired 8/4/2006 13:22
Acq. Method File MAN_52.M
Sample Name Blu 1 F3
Vial Number 2
Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	5,912,258
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.19	1.421	256	30,691,343
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.54	1.453	316	9,191,814
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.17	1.793	284	28,874,790

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,184,142	104.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	28,217,276	91.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,536,180	60.2
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	16.189.201	56.1

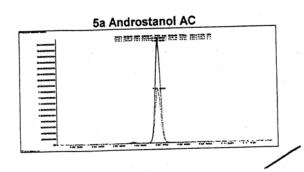
M3 signal

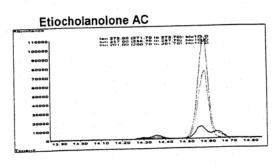
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,235,828	54.7
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	23,375,042	76.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,622,981	50.3
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	8,026,255	27.8

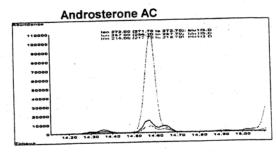
Page 1 of 2

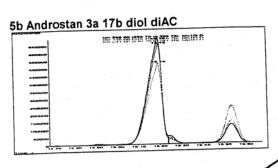
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

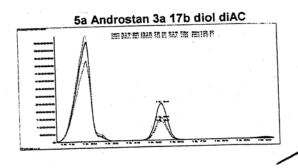
8/4/2006 2:36 PM

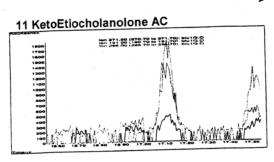


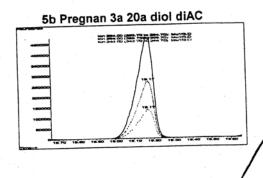












Page 2 of 2

C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

8/4/2006 2:36 PM

D:\Msd22\Aout06\0408\17807474f3.D

Data File Name 17807474f3.D

Data File Path D:\Msd22\Aout06\0408\
Operator 26

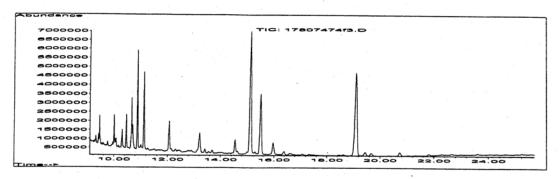
Date Acquired 8/4/2006 13:54

Acq. Method File MAN_52.M

Sample Name 178/07 B995474 F3

Vial Number 3

Misc Info 178/07 B 995474 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	4,330,622
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.14	1.418	256	15,590,168
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.50	1.452	316	9,733,826
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.12	1.791	284	20,380,358

M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,507,718	104.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	14,182,571	91.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	5,804,397	59.6
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	11.439.074	56.1

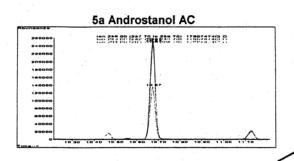
M3 signal

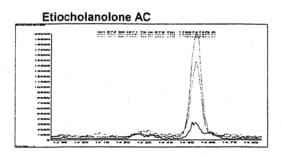
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,391,308	55.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	11,985,724	76.9
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	4,855,730	49.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,570,119	27.3

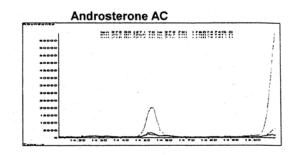
Page 1 of 2

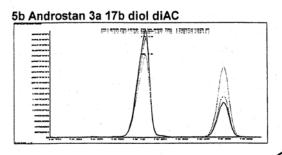
C:\MSDCHEM\CUSTRPT\MAN52.CRT

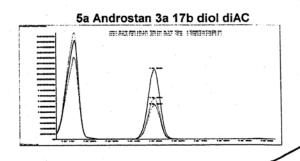
8/4/2006 2:43 PM

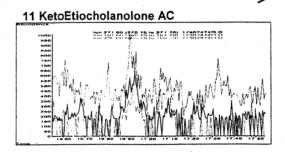


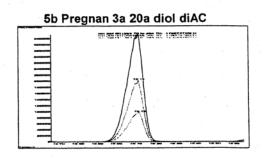












Page 2 of 2

ENREGISTREMENT

Codification:

E-FCR-09

Version: Date: A

31/01/2006

1/3

		CCMIC DOLLD	COMPIDMATION CO/C/IDMS
FIGUE DIANAL VSE / DESILLIAL ANALYSE (HIALRIATIVE	GC/M3 POUR	CONFIRMATION GC/C/IRMS
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE (SOTTON TOTAL OF	0011120 2 0 0 2 2	

Echantillon:		178/07 B	995474				-			
Colérances fixées pa	ar l'AMA (d	ocument : \	VADA Tecl	hnical Doc	ument - TD	2003IDCR)				
Tolérances sur le tr	et le trr : +/-	-1% ou +/-	0,2 min (pre	endre la plu	s faible des	deux)				
Pour les abondance		> 50% 25 <ab< 50<br="">< 25%</ab<>	il est a %		+/- 10% (e +/- 20% (e +/- 5% (en		e variation			
Calcul des abondan	ces en :	·	abulation:			Surface:	Х	-	Hauteur:	
Standard Interne:										
	M	ix	Fracti	on F1	Fract	ion F2	Fractio	on F3		
Tr (min)	10		10.		10	.67	10.0	57		
Fichier	0408M		17807	474fl	17807	474f3	178074	474f3		
	ctérisée : 11 Kétoétiocholan					Fichier:	1	7807474f1		
			Mix				E	chantillon		
	Tr (min)	Тп	Mix M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	E Trr	chantillon M1 (%)	M2 (%)	
	17.09	1.597		M2 (%) 81.9	60.2		E	chantillon	M2 (%)	M3 (%)
Tolérance basse	17.09 16.92	1.597 1.581	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9	60.2 50.2	Tr (min)	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance basse Tolérance haute	17.09	1.597	M1 (%)	M2 (%) 81.9	60.2	Tr (min)	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute	17.09 16.92 17.26	1.597 1.581	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9	60.2 50.2 70.2	Tr (min) 17.05	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute Concordance des T	17.09 16.92 17.26	1.597 1.581	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9	60.2 50.2 70.2	Tr (min)	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T	17.09 16.92 17.26	1.597 1.581 1.613	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9	60.2 50.2 70.2	Tr (min) 17.05	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute Concordance des T	17.09 16.92 17.26	1.597 1.581 1.613	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui	60.2 50.2 70.2 X	Tr (min) 17.05 non non	E Trr	chantillon M1 (%)		
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond	1.597 1.581 1.613	M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X	Tr (min) 17.05 non non	Тп 1.596	chantillon M1 (%)	78.2	
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond	1.597 1.581 1.613	M1 (%) 100 ves :	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X	Tr (min) 17.05 non non non	Тп 1.596	Chantillon M1 (%) 100 17807474£2	78.2	
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond	1.597 1.581 1.613 ances relati	M1 (%) 100 ves :	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X X X	Tr (min) 17.05 non non non Fichier:	Trr 1.596	Chantillon M1 (%) 100 17807474f2 Echantillon	78.2	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée:	1.597 1.581 1.613 ances relation	M1 (%) 100 ves : cholanolone Mix M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X X X	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min)	1.596	Chantillon M1 (%) 100 17807474£2	78.2	
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée : Tr (min) 14.37	1.597 1.581 1.613 ances relation Etion Trr 1.343	M1 (%) 100 ves :	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui oui e AC	60.2 50.2 70.2 X X X X 38.0	Tr (min) 17.05 non non non Fichier:	Trr 1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac Tolérance basse	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond etérisée : Tr (min) 14.37 14.23	1.597 1.581 1.613 ances relati Etion Trr 1.343 1.330	M1 (%) 100 ves : cholanolone Mix M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui	60.2 50.2 70.2 X X X	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min)	1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée : Tr (min) 14.37	1.597 1.581 1.613 ances relation Etion Trr 1.343	M1 (%) 100 ves : cholanolone Mix M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui oui 53.0	M3 (%) 38.0 30.4 45.6	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min)	1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac Tolérance basse	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée : Tr (min) 14.37 14.23 14.51	1.597 1.581 1.613 ances relati Etion Trr 1.343 1.330	M1 (%) 100 ves : cholanolone Mix M1 (%)	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui oui 53.0	M3 (%) 38.0 30.4 45.6	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min)	1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2
Tolérance haute Concordance des T Concordance des T Concordance globa Substance carac Tolérance basse Tolérance haute	17.09 16.92 17.26 r: rr: le des abond ctérisée : Tr (min) 14.37 14.23 14.51	1.597 1.581 1.613 ances relation Etion Trr 1.343 1.330 1.356	M1 (%) 100 ves: cholanolone Mix M1 (%) 100	M2 (%) 81.9 71.9 91.9 oui oui oui oui 53.0 73.0	M3 (%) 38.0 30.4 45.6	Tr (min) 17.05 non non non Tr (min) 14.37	1.596	Chantillon M1 (%) 100 1780747462 Echantillon M1 (%)	78.2 \rightarrow M2 (%)	61.2

Codification: E-FCR-09 **ENREGISTREMENT** Version: LNDD Date: 31/01/2006 FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS 17807474f2 Androstérone AC Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix Tr (min) Trr M1 (%) M2 (%) M3 (%) Tr (min) Trr M1 (%) M2 (%) M3 (%) 14.63 1.371 100 42.6 29.0 1.368 100 42.7 30.1 14.63 1.354 34.2 24.1 14.48 Tolérance basse Tolérance haute 14.78 1.382 51.2 36.1 X Concordance des Tr: oui non X Concordance des Trr: oui non X Concordance globale des abondances relatives : oui non 5b Androstane-3a,17b-diol diAC 17807474f3 Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix M3 (%) Tr (min) Trr M1 (%) M2 (%) M3 (%) M1 (%) M2 (%) Tr (min) Тп 15.14 1.418 100 91.0 76.9 15.19 1.420 100 90.8 76.4 1.406 80.8 66.4 Tolérance basse 15.04 15.34 1.434 100.8 86.4 Tolérance haute X Concordance des Tr: oui non Х Concordance des Trr: oui non Concordance globale des abondances relatives : X oui non 17807474f3 5a Androstane-3a,17b-diol diAC Fichier: Substance caractérisée : Echantillon Mix M1 (%) M2 (%) M3 (%) M2 (%) M3 (%) Tr (min) Τπ M1 (%) Tr (min) Тπ 49.9 1.452 100 59.6 15.58 1.457 100 57.8 49.5 15.50 47.8 39.6 Tolérance basse 15.42 1.442 15.74 1.472 67.8 59.4 Tolérance haute X Concordance des Tr: oui non Х Concordance des Trr: oui non X Concordance globale des abondances relatives : oui non 17807474f3 5b Prégnane-3a,20a-diol diAC Substance caractérisée : Fichier: **Echantillon** Mix M1 (%) M2 (%) M3 (%) M2 (%) M3 (%) Tr (min) Тп M1 (%) Tr (min) Тπ 1.791 100 56.1 27.3 19.12 1.796 100 56.3 28.0 19.21 22.4 Tolérance basse 19.02 1.778 46.3 19.40 1.814 66.3 33.6 Tolérance haute Concordance des Tr: X oui non Concordance des Trr: oui Х non X

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

LNDD		ENREGISTREMENT Codification Version: Date:				A 31/01/2006 3/3				
FICHE D'AN	ALYSE / R	ESULTAT	ANALYS	E QUALI	TATIVE	GC/MS PO	UR CONFI	RMATIO	N GC/C/II	RMS
Substance carac	térisée : [,	Fichier:				
			Mix			Echantillon				
	Tr (min)	Тп	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%
Tolérance basse	-							•		
Tolérance haute			i ja Z Liga alamana a							
Concordance des T	r :			oui		non	<u> </u>	1		
Concordance des T				oui		non				
Concordance globa		ances relati	ves:	oui		non		1		
					1			0		7
Substance carac		Fichier :				0				
,		Mix				Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (9
			100					100	<u> </u>	
Tolérance basse						1				
Tolérance haute			Emmander was a series	L		1				
Concordance des T	r:			oui		non		1		
Concordance des T				oui		non]		
Concordance globa		ances relati	ves:	oui		non]		
							,			
							,			
					1					
Paraphe et code ope	erateur :		Det							
					1					
Partie à remplir par	le responsab	ole :								
Caractérisation form	nelle de tous	les analyte	s:	oui	×	non]		
					•					
Paraphe et code ope	érateur :		49	Mary	,					
Observations:										

USADA 0325

	_
1 1	
1.10	1 11
	-

ENREGISTREMENT

Codification: E-CC-11

Version: B

Date: 08/03/2006 1/1

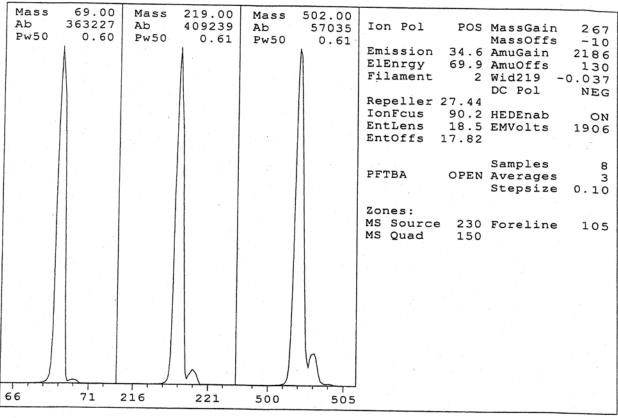
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM (screening et confirmation)

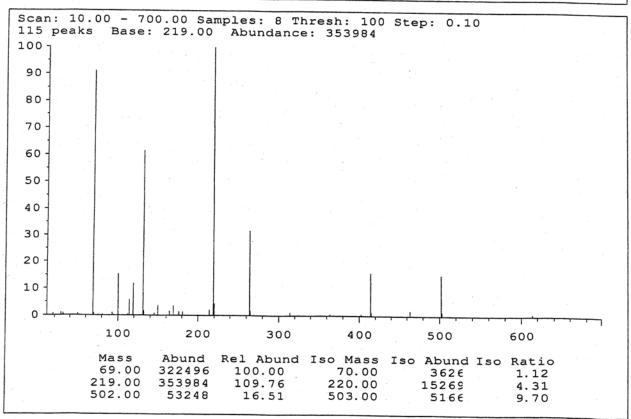
	Numéro d'identification de l'appareil: HSO22
	Date: 04108106
	1 - Source d'ionisation
	MSD Autotune: Ion 69 ou 219 majoritaire Autotune: Abondance de l'ion 502 > 3% Repeller < 35
	Polaris Ion time > 2 ms
	Observations:
. 2	2 - Etanchéïté du système
The state of the s	MSD 18/69 (H2O), 28/69 (N2), 32/69 (O2), 44/69 (CO2) < 10% Air et eau : Intensité ion 19 < intensité ion 18
C	Observations:
<u>3</u>	- Sensibilité
	Conf TP conforme — Fichier:
	TP conforme – Fichier :
	TP conforme – Fichier: TP conforme – Fichier:
O	bservations:
Co	ode opérateur et paraphe : 200f

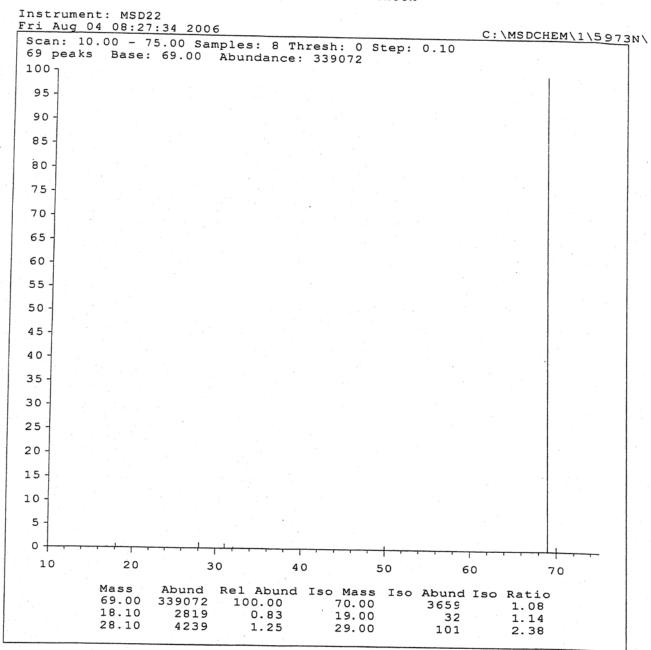
Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Fri Aug 04 08:23:16 2006 C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

Instrument: MSD22







Current Params used: ATUNE.U

```
Relative abundances:

18/69 = 0.83 Water%

28/69 = 1.25 Nitrogen%

32/69 = 0.43 Oxygen%

44/69 = 0.06 Carbon Dioxide%

28/18 = 150.37 Nitrogen/Water%
```